

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):





- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

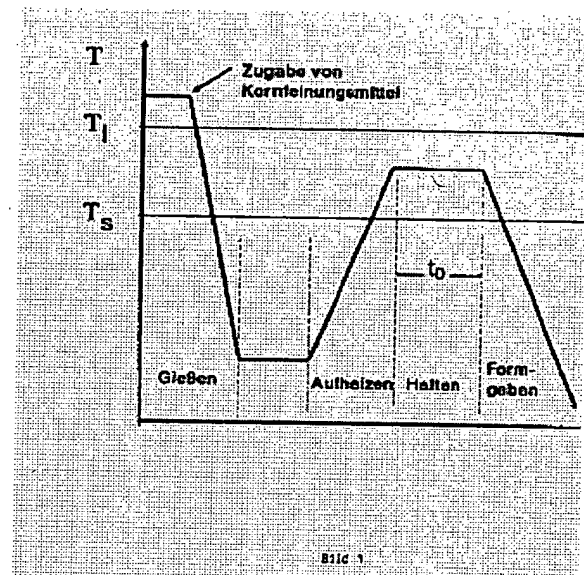
**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

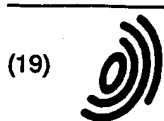
**Method to produce metal parts**

**Patent number:** EP0554808  
**Publication date:** 1993-08-11  
**Inventor:** WAN GANG DR-ING (DE)  
**Applicant:** EFU GES FUER UR UMFORMTECHNIK (DE)  
**Classification:**  
- international: B22D1/00; C22C1/00  
- european: B22D1/00; C22C1/00D  
**Application number:** EP19930101454 19930129  
**Priority number(s):** DE19924202562 19920130

**Also published as** EP055480**Cited documents:** GB215685  
 EP009025  
 JP521319  
 JP570542**Abstract of EP0554808**

The invention relates to a process for producing shaped parts made of metal alloys, in which the metal alloys are brought into the molten state and according to conventional casting methods are cast to produce geometrically simple shapes, which is followed by heating to a temperature between the solidus and the liquidus line to form a thixotropic slurry, which consists of a solid-liquid mixture of rounded primary particles homogeneously distributed in a melt matrix and which after a holding time is passed to a shaping system. The object of the invention is to simplify and make more economical the preparation of rheo-alloy blanks having a close-grained and homogeneous microstructure. To this end it is provided that the metal alloys are admixed in the molten state with an amount of grain refiner which is increased compared to conventional grain refining, said increased amount being determined from a curve of a diagram in which the particle size in  $\mu\text{m}$  is plotted against the addition of grain refiner in per cent by weight, said curve being known for the individual alloys and grain refiners and having a steeply descending first branch and a second branch proceeding asymptotically towards a final value of the particle size, the determination being carried out in such a way that the addition of grain refiner is selected as a value on the second branch of the curve; that the metal alloys are then cooled down to any desired temperature below the solidus line and are then heated to a holding temperature between the solidus and the liquidus line and in the process are held for a holding time of less than 15 minutes.





Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

(11) **EP 0 554 808 B1**(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des  
Hinweises auf die Patenterteilung:  
02.05.1997 Patentblatt 1997/18

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **B22D 1/00, C22C 1/00**

(21) Anmeldenummer: 93101454.2

(22) Anmeldetag: 29.01.1993

(54) **Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus Metallegierungen**

Method to produce metal parts

Procédé de fabrication des pièces métalliques

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT CH DE FR GB IT LI

(30) Priorität: 30.01.1992 DE 4202562

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
11.08.1993 Patentblatt 1993/32

(73) Patentinhaber: EFU GESELLSCHAFT FÜR UR-  
/UMFORMTECHNIK mbH  
D-52152 Simmerath (DE)

(72) Erfinder: Wan, Gang, Dr.-Ing.  
W-5100 Aachen (DE)

(74) Vertreter: König, Werner, Dipl.-Ing.  
Habsburgerallee 23-25  
52064 Aachen (DE)

(56) Entgegenhaltungen:  
EP-A- 0 090 253 GB-A- 2 156 855

- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2, no. 34  
(C-005)8. März 1978 & JP-A-52 131 911  
(MITSUBISHI CHEM IND LTD) 5. November 1977
- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 6, no. 127  
(C-113)13. Juli 1982 & JP-A-57 054 235  
(MITSUBISHI KEIKINZOKU KOGYO KK) 31. März  
1982

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 554 808 B1

1

EP 0 554 808 B1

2

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus Metallegierungen unter Zusatz eines Kornfeinungsmittels, für die sich die Abhängigkeit der Kornfeinung von der Menge des zugesetzten Kornfeinungsmittels in einer für einzelne Legierungen und Kornfeinungsmittel bekannten Kurve eines Diagramms darstellt, in dem die Korngröße in um über der Zugabe an Kornfeinungsmittel in Gewichtsprozent aufgetragen ist und welches einen stark abfallenden ersten Ast und einen asymptotisch gegen einen Endwert der Korngröße verlaufenden zweiten Ast aufweist, bei dem die Metallegierungen in schmelzflüssigen Zustand gebracht und nach konventionellen Gießverfahren zu geometrisch einfachen Formen vergossen werden

und dann durch Aufheizen auf eine Temperatur zwischen der Solidus- und der Liquidus-Linie ein aus einem Fest-Flüssig-Gemisch aus abgerundeten, in einer Schmelzmatrix homogen verteilten Primärteilchen bestehender thixotroper Schlicker gebildet wird, der nach einer Haltezeit einer Formgebungsanlage zugeführt wird.

Die Vorteile von Verfahren zur Herstellung von Formteilen im halbfesten Zustand sind inzwischen bekannt, [Metals Hand-book, 9th.Ed. Vol.15. Casting, S.327]. Die niedrigere Prozeßtemperatur und die rasche Erstarrung bei diesen Verfahren führen einerseits zu besseren Werkstoffeigenschaften und erhöhter Produktivität und andererseits zu reduziertem Energieaufwand.

Bei der konventionellen Erstarrung ist aufgrund der sich bildenden dendritischen Struktur die Legierung schon bei einem Festanteil  $f_s=20\%$  steif und zäh. Ein solches teilerstarrtes Material kann nicht homogen ohne Bildung von Rissen oder Segregationserscheinungen geformt werden. Schlicker, die eine primär globulitisch erstarrte Struktur, d.h. eine spezielle, nicht dendritische feste Phase besitzen, können jedoch von bis zu  $f_s=60\%$  Festanteil durch konventionelle Formgebungsverfahren geformt werden. Deswegen eignet sich der teilerstarrte Schlicker gut zur Weiterverarbeitung in der Halbzeug- und Fertigteilherstellung in Kombination mit anderen nachgeschalteten Verfahren.

Außerdem zeichnet sich aufgrund des Prozeßablaufs im Erstarrungsintervall die Formgebung im halbfesten Zustand als ein Verfahren mit Energiesparpotential aus. Einen wesentlichen Vorteil stellt die niedrige Gießtemperatur dar, durch die die Walzen, Formen usw. anschließender Formgebungsanlagen einer geringeren thermischen Belastung ausgesetzt sind. Auch erstarrt das Material viel schneller aufgrund der anteilmäßig geringeren Erstarrungswärme und bildet weniger Lunker, da der Schlicker teilerstarrt ist und einen geringeren Volumensprung bei der weiteren Erstarrung aufweist.

Die grundlegende Basis für ein solches Verfahren ist die Herstellung eines thixotropen Schlickers als spe-

zielles Vormaterial, das aus einer Primär- und einer niedrig schmelzenden Matrixphase besteht. Bei der Weiterverarbeitung wird dieses Vormaterial auf eine Temperatur zwischen Solidus und Liquidus, nachstehend Verarbeitungstemperatur, aufgeheizt. Dabei schmilzt die Matrix zuerst auf, während die feste Phase in Form von abgerundeten feinen Teilchen in der Schmelzmatrix dispergiert wird. Dieser Schlicker wird dann zur Formgebung anschließend einer weiterverarbeitenden Anlage, nachstehend Formgebungsanlage, z.B. einer Druckgießmaschine oder einer Schmiedepresse, zugeführt und aufgrund der thixotropen Eigenschaften des Schlickers in eine Endform gebracht. Das Vormaterial wird nachstehend als Rheovormaterial bezeichnet.

Es wird angestrebt, möglichst feine und sphärische Primärteilchen in dem Schlicker zu erzeugen, weil der Schlicker mit feinen Teilchen nicht nur ein hohes Fließvermögen besitzt sondern auch zu einer besseren Oberflächenbeschaffenheit führt. Die erforderliche Feinheit der Teilchen wird hauptsächlich durch die Formgebungsverfahren, Bauteilgeometrie und -qualität bestimmt. Eine quantitative Angabe darüber existiert nicht.

Die Kornfeinung ist auch von der Menge des zugesetzten Kornfeinungsmittels abhängig, die sich in einer Kurve eines Diagramms darstellen läßt. Sie ist für die einzelnen Legierungen und die üblichen Kornfeinungsmittel bekannt und liegt in Diagrammen vor. Diese weisen, wie anfangs bereits erwähnt, einen stark abfallenden ersten Ast, in dem eine Erhöhung der Kornfeinungsmittelzugabe also eine starke Reduzierung der Korngröße bewirkt und einen asymptotisch gegen einen Endwert der Korngröße verlaufenden zweiten Ast auf, in dem eine Erhöhung der Kornfeinungsmittelzugabe also praktische keine Reduzierung der Korngröße mehr bewirkt, siehe z. B. Sigworth/Guzowski "Grain Refining of Hypoeutectic Al-Si Alloys" in AFS Transactions 85-172, Seite 907 - 912. Eine Zugabe von Kornfeinungsmittel in diesem Bereich des zweiten, asymptotischen Astes ist also zur Reduzierung der Korngröße nicht mehr sinnvoll.

Für die Herstellung des Rheovormaterials mit den erforderlichen Eigenschaften gibt es zur Zeit einige Verfahren, die in drei Gruppen eingeteilt werden können:

Die Verfahren der Gruppe 1 sind durch die erzwungene Konvektion während der Erstarrung gekennzeichnet. Durch mechanisches oder elektromagnetisches Rühren werden die üblicherweise dendritisch kristallisierenden Primärphasen ganz oder teilweise zu abgerundeten festen Teilchen zerschlagen, die sich in der Schmelze befinden. Nach deren Erstarrung entsteht ein für Verarbeitung im halbfesten Zustand geeignetes Rheovormaterial.

Die Verfahren der Gruppe 2 setzen eine thermomechanisch Behandlung ein, die als SIMA-Verfahren (SIMA= Strain Induced Melt Activated) bezeichnet wird. Dabei werden die konventionell vergossenen Metallegierungen kaltverformt, z.B. durch Recken, Walzen oder

3

EP 0 554 808 B1

4

Stauchten. Das kaltverformte Vormaterial wird bei der anschließenden Erwärmung bei einer Temperatur zwischen Solidus und Liquidus vor der Weiterverarbeitung zum Schlicker überführt. Zur Erzeugung besonders feiner Teilchen ist vor der Kaltverformung eine zusätzliche Warmverformung notwendig, z.B. durch Strangpressen. Die erreichbare Teilchengröße beträgt 30 µm, [EP 0090253].

Die Verfahren der Gruppe 3 machen von einer besonderen Wärmebehandlung Gebrauch. Dabei wird eine konventionell vergossene Legierung auf eine Temperatur zwischen Solidus und Liquidus aufgeheizt, bei der Temperatur einige Minuten bis einige Stunden isotherm gehalten und dann der Weiterverarbeitung zugeführt. Die Erreichung abgerundeter fester Teilchen für Al-Legierungen erfordert mehrere Stunden. Die Teilchengröße liegt im Bereich zwischen 100 und 400 µm. Für Al-Legierung beträgt sie ca. 200 µm, [DT 2514355].

Die obengenannten drei Verfahrensgruppen zur Herstellung des Rheovormaterials weisen jeweils folgende Nachteile auf:

Das Verfahren mit erzwungener Konvektion ist mit erheblichen Anlage- und Energiekosten verbunden. Das mechanische Rühren erfordert die Anwendung eines Rührwerkes, das sowohl thermischen als auch chemischen Belastungen ausgesetzt wird. Dabei entstehen viele verfahrenstechnische Probleme. Obwohl dieses Verfahren als erstes untersucht wurde, ist es bis jetzt nicht industriell eingesetzt worden. Das elektromagnetische Rühren [DE 3006618] für die Herstellung des Rheovormaterials hat zwar industrielle Anwendung gefunden, aber der geringe energetische Wirkungsgrad ist als gravierender Nachteil anzusehen. Ein Teil der eingebrachten elektromagnetischen Energie geht als Stromwärmeverlust verloren und führt zu unerwünschter Erwärmung. Die Verlustleistung nimmt mit zunehmender Frequenz, abnehmender Polzahl und abnehmender Kokillenleitfähigkeit zu. Außerdem ist das Gefüge nicht über das gesamte Volumen homogen. Es ergibt sich eine Oberflächenschicht, in der die feste Phase dendritisch wächst und während der Wiedererwärmung nicht gleichzeitig wie im Kernbereich zu isolierten abgerundeten Teilchen übergeht. Um diesen Nachteil zu beheben wird entweder die Randschicht abgeschält oder während der Formgebung eine Vorkammer in der Pressform eingebaut [EP 0254437]. Bei der Formgebung wird ein Teil des Vormaterials, überwiegend aus dem Kernbereich, in die Form gepresst, während ein anderer Teil, überwiegend aus der Oberflächenschicht, in der Vorkammer zurückbleibt und später von dem Bauteil entfernt wird. Dadurch wird die Ausnutzung des Materials geringer.

Bei den SIMA-Verfahren muß eben diese zusätzliche Warm- und Kaltverformung durchgeführt werden, was wiederum mit zusätzlichem Kosten- und Energiebedarf verbunden ist. Dieser Nachteil wird noch deutlicher, wenn die Abmessung des Rheovormaterials groß sein soll. Die dafür erforderliche Kraft bei der Kaltverformung macht die Anwendung einer großen Umforman-

lage notwendig.

Das Wärmebehandlungsverfahren erfordert eine derartige Langzeitglühung bei einer Temperatur zwischen Solidus und Liquidus, daß technische Probleme auftauchen und die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens in Frage gestellt wird. Vor allem ist die starke Oxidation des Schlickers während der Erwärmung sehr schwer oder nur mit hohem technischem Aufwand, z.B. durch Erwärmung in einer Vakuumkammer unter Vakuum oder Schutzgas, zu vermindern. Außerdem ist das resultierende Gefüge so grob, daß es sich sowohl bei dem Fließvermögen während der Weiterverarbeitung, insbesondere bei der Formfüllung an dünnwandigen Stellen des Bauteils, als auch bei den mechanischen Eigenschaften negativ auswirken kann.

Zusammengefaßt kann festgestellt werden, daß alle bisherigen Verfahren zur Herstellung des Rheovormaterials mit sowohl technischen als auch wirtschaftlichen Problemen behaftet sind.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, bei einem Verfahren der eingangs erwähnten Art die Nachteile der bisherigen Verfahren zu beseitigen und ein wirtschaftliches Verfahren für die Herstellung von Rheovormaterial mit feinkörnigem und homogenem Gefüge auf der Basis einer ausgereiften Technik bereitzustellen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einem Verfahren der eingangs erwähnten Art dadurch gelöst, daß den Metallegierungen in schmelzflüssigem Zustand eine gegenüber der bekannten Kornfeinung im Bereich des stark abfallenden ersten Astes erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel zugesetzt wird, die als ein Wert auf dem zweiten Ast der Kurve ausgewählt wird, der in einem Bereich liegt, in dem die Kornfeinungswirkung  $\delta D_2/\delta C_2$  (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als 1/20 des Betrages der mittleren Steigung  $\delta D_1/\delta C_1$  im ersten Ast der Kurve ist, daß die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt werden und daraufhin auf eine Haltezeittemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt werden und dabei über eine Haltezeit von weniger als 15 Minuten gehalten werden.

Das dabei gebildete Vormaterial mit einer erhöhten Menge an Kornfeinungsmitteln unterscheidet sich von den konventionellen Rheovormaterialien dadurch, daß es vor der Weiterverarbeitung ein dendritisches Gefüge zeigt. Erst bei der Wiedererwärmung bis auf eine Temperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie gehen die Dendriten zu isolierten abgerundeten kugelförmigen Teilchen über. Die für Abrundung der Teilchen erforderliche Zeit beträgt je nach Legierungen und Kornfeiergehalt einige Sekunden bis Minuten. Der aus dem erfindungsgemäßen Rheovormaterial entstehende Schlicker kann anschließend unmittelbar einer Formgebungsanlage zugeführt und in eine Endform gebracht werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel in einem Bereich liegt, in dem die

5

EP 0 554 808 B1

6

Kornfeinungswirkung  $\delta D2/\delta C2$  (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als  $1/50$  des Betrages der mittleren Steigung  $\delta D1/\delta C1$  im ersten Ast der Kurve ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die zuzugebende Menge an Kornfeinungsmittel dadurch präzisiert wird, daß Proben der Metallegierungen im schmelzflüssigen Zustand unterschiedliche Mengen an Kornfeinungsmittel zugesetzt werden, die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt und wieder auf eine Haltetemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt, über eine wählbare Haltezeit von weniger als 15 Minuten auf dieser Temperatur gehalten, danach abgeschreckt werden und das abgeschreckte Gefüge metallographisch untersucht und der Mindestgehalt an Kornfeinungsmitteln festgestellt wird, ab dem die Primärphase überwiegend aus voneinander isolierten abgerundeten Teilchen mit einem Formfaktor  $FF \geq 0,5$  bei einem mittleren Korndurchmesser  $\leq 150 \mu m$  besteht.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann zur Herstellung von Formteilen aus Kupferlegierungen so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel die mit Aluminium ein Peritektikum bildenden Elemente jeweils allein oder in Kombination verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel Ti, B, Nb allein oder in Kombination verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß Ti gemeinsam mit C verwendet wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel Zr allein oder in Verbindung mit B verwendet wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß bei einer Aluminiumlegierung mit 0 bis 9 Gew.-% Si, 0 bis 5 Gew.-% Cu, 0 bis 5 Gew.-% Zn und 0 bis 3 Gew.-% Mg als Kornfeinungsmittel Ti und B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 0,6 Gew.-% eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß eine Aluminiumlegierung AlSi7Mg geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von  $\geq 0,25 \%$  eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß eine Aluminiumknetlegierung AlMg1SiCu geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von  $\geq 0,025 \%$  eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B und P als Desoxidationsmittel verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß zusätzlich Mg zur Entschwefelung zugegeben wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausge-

führt werden, daß bei einer Kupferlegierung mit 0 bis 30 Gew.-% Zn und 0 bis 20 Gew.-% Sn als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 1,0 Gew.-% und P eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß eine Kupferlegierung CuSn12 geschmolzen und desoxidiert, dann auf einen Zr-Gehalt von  $\geq 0,05 \%$  eingestellt und anschließend über eine Minute auf einer Temperatur zwischen Liquidus- und Soliduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die Temperatur der Legierung isotherm zwischen Solidus- und Liquiduslinie gehalten wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die Temperatur der Legierung gestuft zwischen Solidus- und Liquiduslinie geführt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die im schmelzflüssigen Zustand mit Kornfeinungsmittel versehenen Metallegierungen in einer durch ein Kühlmedium gekühlten Metallkokille in einer für die Formgebung benötigten Menge genau dosiert vergossen werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, daß die Metallegierungen zwischen Solidus- und Liquidus-Linie auf eine Temperatur über der Haltetemperatur erwärmt werden, wobei die gesamte Dauer innerhalb des Solidus-Liquidus-Bereichs 1 bis 15 Minuten beträgt.

Die durch das erfindungsgemäße Verfahren erreichbaren Vorteile bestehen insbesondere darin:

1. Für die Herstellung des Rheovormaterials für die Weiterverarbeitung im halbfesten Zustand können in herkömmlichen Gießereien bestehende Anlagen ohne jede Veränderung genutzt werden.

2. Das erfindungsgemäße Verfahren gibt eine wirtschaftliche und energiesparende Methode zur Herstellung des Rheovormaterials an. Im Vergleich zu anderen Fertigungsverfahren zur Herstellung von metallischen Bauteilen mit höherer Stückzahl, wobei sich das Druckgießen am wirtschaftlichsten betreiben läßt, ist eine zusätzliche Energieeinsparung durch das erfindungsgemäße Verfahren in Kombination mit Druckgießen zu erzielen. Dies ist dadurch bedingt, daß man das Rheovormaterial nicht über die Liquidus-Temperatur zu erhitzen braucht, wie dies beim konventionellen Druckgießen der Fall ist.

3. Das erfindungsgemäße Verfahren führt auch zu einer Materialeinsparung. Vor der Wiedererwärmung wird dies durch die Kombination mit Kokillengießen erreicht, wobei das Zersägen des Materials zu benötigter Portion entfällt. Bei der Formgebung trägt die genaue Dosierbarkeit, die Homogenität des Rheovormaterials und der dadurch bedingte Wegfall eines großen Anschnitt- oder Speisungssy-

7

EP 0 554 808 B1

8

stems zur Materialeinsparung bei.

4. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren läßt sich über den gesamten Blockquerschnitt ein homogenes Gefüge erzielen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird nachstehend anhand von Bildern erläutert. Es zeigt:

Bild 1: eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Bild 2: ein schematisches Diagramm, in dem die Korngröße über der Zugabemenge an Kornfeinungsmittel aufgetragen ist.

Bild 3: AlSi7Mg nach dem Kokillergießen (a,c,e) und Wiedererwärmen (b,d,f) bei einem Ti-Gehalt (%) : a,b=0,01; c,d=0,19; e,f=0,42 und einer isothermen Haltezeit (Minuten): b=14; d=10; f=5.

Bild 4: AlSi7Mg nach einem nicht isothermen Wiedererwärmen mit einer Haltezeit von 4 Minuten bei einem Ti-Gehalt (%) : a=0,26; b=0,34; c=0,50.

Bild 5: AlSi8Cu3 mit 0,015 % Sr nach dem Kokillergießen (a,c,e) und Wiedererwärmen von 5 Minuten (b,d,f) bei einem Ti-Gehalt (%) : a,b=0,01; c,d=0,15; e,f=0,36.

Bild 6: AlZn6Mg2Cu mit 0,15% Zr nach dem Stranggießen (a,c) und Wiedererwärmen von 5 Minuten (b,d) bei einem Ti-Gehalt (%) : a,b=0,04; c,d=0,09.

Bild 7: CuSn12 nach dem Kokillergießen (a,c,e) und Wiedererwärmen (b,d,f) bei einem Zr-Gehalt (%) : a,b=0,02; c,d=0,05; e,f=0,07 und einer isothermen Haltezeit (Minuten): b=10; d=7; f=1.

Bei der für das erfindungsgemäße Verfahren entscheidenden Auswahl der Zugabemenge an Kornfeinungsmittel bedient man sich eines für die jeweilige Legierung und die zugehörigen Kornfeinungsmittel bekannten Diagramms, wie es typisch in Bild 2 dargestellt ist. Im Bereich des stark abfallenden Astes der Kurve dieses Diagramms erfolgt die Kornfeinung. Hier hat eine Erhöhung der Menge des Kornfeinungsmittels einen großen Effekt auf die Reduzierung der Korngröße. Die Kurve hat einen zweiten Ast, der sich asymptotisch einem Endwert der Korngröße nähert. Hier führt die Erhöhung der Zugabemenge des Kornfeinungsmittels nicht zu einer nennenswerten Reduzierung der Korngröße.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Mengen an Kornfeinungsmittel liegen im Bereich dieses zweiten

Astes der Kurve.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird anhand von Beispielen dargestellt:

#### 5 Beispiel 1:

Es wurde in üblicher Weise eine Aluminiumgußlegierung AlSi7Mg bei 680 °C geschmolzen und entgast. Der Schmelze wurde eine Vorlegierung aus 5% Ti + 1% B Rest Al in unterschiedlichen Mengen zugegeben, so daß ein Ti-Gehalt von 0,01 bis 0,5% Ti in der Schmelze vorlag. Die Schmelze wurde mit dem jeweiligen Ti-Gehalt in einer Stahilkokille zu Zylindern mit einem Durchmesser von 50 und 100 mm und einer Länge von 120 mm vergossen. Es ergab sich demnach unabhängig vom Ti-Gehalt ein überwiegend dendritisches Gefüge, wobei bei Bild 3a der Ti-Gehalt 0,01%, bei Bild 3c 0,19% und bei Bild 3e 0,42% betrug.

Die gegossenen Zylinder wurden dann in einer Induktionsanlage auf eine Temperatur von etwa 578 °C aufgeheizt und bei dieser Temperatur über verschieden lange Haltezeiten gehalten und danach abgeschreckt. Während des Haltens war zu beobachten, daß bei einem Ti-Gehalt unter 0,18% die Schmelze aus dem Zylinder austrat und sich am Zylinderboden sammelte. Der Zylinder ließ sich mit einem Graphitstab von 10 mm Durchmesser schwer durchstechen. Dabei wurden auch Risse festgestellt. Oberhalb von 0,19% Ti trat dagegen keine Schmelze aus und der Zylinder ließ sich mit dem Graphitstab leicht durchstechen.

Nach metallographischer Untersuchung wurde festgestellt, daß die Primärphase bei einem Ti-Gehalt unterhalb von 0,18% überwiegend aus Grobdendriten bestand, selbst wenn der Zylinder bis zu 1 Stunde bei der Temperatur gehalten wurde.

Bild 3b zeigt das Gefüge bei einem Ti-Gehalt von 0,01% nach einer Haltezeit von 14 Minuten. Bild 3d zeigt das Gefüge bei Ti-Gehalt von 0,19% bei einer Haltezeit von 10 Minuten.

Zwischen 0,19 und 0,25% Ti wurden isolierte feine, jedoch nicht abgerundete Primärteilchen festgestellt, wobei mit steigendem Ti-Gehalt der Formfaktor abnahm. Oberhalb von 0,25% Ti wurden isolierte abgerundete Primärteilchen innerhalb einer Haltezeit von 5 Minuten erhalten (Bild 3f). Das Gefüge war über das gesamte Volumen homogen. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 110 µm nach 5minütiger isothermer Glühung. Eine Verlängerung der Haltezeit führte zu einer Zunahme des mittleren Durchmessers und einer Abnahme des Formfaktors der abgerundeten Teilchen. Die Veredlung mit Sr beeinflusste nur das Eutektikum und nicht die Ausbildung der Primärphase.

#### 55 Beispiel 2:

Die gleiche Legierung wurde mit einem leicht modifizierten Erwärmungsvorgang behandelt, wobei die Heizleistung der Induktionsanlage so eingestellt wurde,

9

EP 0 554 808 B1

10

daß die Temperatur zuerst auf 589 °C anstieg und innerhalb von 4 Minuten wieder auf 578 °C abfiel. Bei dieser Temperatur wurden die Proben dann abgeschreckt. Durch anschließende metallographische Untersuchung wurde festgestellt:

1. Der für die Abrundung erforderliche Mindestgehalt an Kornfeinungsmittel (Titan) wurde nicht verändert.
2. Bei gleichen Titan-Gehalt und gleicher Haltezeit waren die Primärteilchen im Vergleich zum isothermen Halten etwas feiner und runder.
3. Zum Erreichen eines bestimmten Formfaktors wurde eine kürzere Haltezeit benötigt.
4. Der Block verlor die Zylinderform bei hohem Flüssiganteil. Dies machte es notwendig, die Erwärmung in einem Tiegel vorzunehmen.

Bild 4 zeigt das Gefüge nach diesem Beispiel, wobei in Bild 4a mit 0,26%, in Bild 4b mit 0,34% und in Bild 4c mit 0,50% Titan gearbeitet wurde. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 95 µm.

#### Beispiel 3:

Mit einer Aluminiumlegierung AlSi8Cu3 (8% Si, 2,7% Cu, 0,6% Mg) wurden die Verfahren nach den Beispielen 1 und 2 durchgeführt. Es wurde ein durchaus ähnliches Ergebnis erzielt. Bei einer vorgegebenen Haltezeit von 5 Minuten wurde ein Mindestgehalt an Ti als Kornfeinungsmittel von 0,18% bestimmt.

Bild 5 zeigt das Gefüge nach diesem Beispiel, wobei nebeneinander angeordnete Bilder das Gefüge bei gleichem Ti-Gehalt, aber links vor dem Wiedererwärmen und rechts nach dem Wiedererwärmen wiedergeben. Der Ti-Gehalt betrug nach Bild 5a und 5b 0,01%, nach Bild 5c und 5d 0,15% und nach Bild 5e und 5f 0,36%.

Die Proben wurden bei 572 °C abgeschreckt. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 100 µm.

#### Beispiel 4:

Eine Aluminiumknetlegierung AlZn6Mg2Cu mit 6% Zn, 2% Mg und 1% Cu wurde wie im Beispiel 1 aufgeschmolzen und sowohl in einem Ofen wie auch in einer Rinne durch die Zugabe von Vorlegierungsdraht aus AlTi5B korngefeint. Die Schmelze wurde in einer Vertikalstranggießanlage zu Strängen mit einem Durchmesser von 100 mm vergossen. Die Stränge wurden dann in Zylinder mit einer Länge von 100 mm getrennt, die in einer Induktionsanlage wie im Beispiel 1 und 2 wiedererwärmt wurden. Bei einer Haltezeit von 5 Minuten wurde ein Mindestgehalt von ca. 0,06% Ti zur Erreichung des gewünschten Gefüges bestimmt.

Nebeneinanderliegende Bilder zeigen die Gefüge bei gleichem Ti-Gehalt, links vor dem Wiedererwärmen und rechts nach dem Wiedererwärmen. Der Ti-Gehalt betrug nach Bild 6a,b 0,04% und nach den Bild 6c,d 0,09%. Die Wiedererwärmung erfolgte auf 610 °C für 5 Minuten. Es wurde ein mittlerer Durchmesser der abgerundeten Teilchen von 50 µm erzielt.

#### Beispiel 5:

Das Verfahren nach Beispiel 4 wurde mit einer Aluminiumknetlegierung AlMg1SiCu mit 0,6 - 1,2 % Mg, 0,7 - 1,5 % Si, 5,0 % Cu, 0,4 - 1,0 % Mn und 0,3 - 0,5 % Fe durchgeführt. Es wurde ein dem Beispiel 4 ähnliches Ergebnis erzielt. Bei einer vorgegebenen Haltezeit von 5 Minuten wurde ein Mindestgehalt zur Erreichung der gewünschten Gefügestruktur von 0,025 % Ti bestimmt.

Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug ca. 70 µm nach dem Wiedererwärmen.

#### Beispiel 6:

Es wurde in üblicher Weise eine Kupferlegierung CuSn12 bei 1020 °C geschmolzen und mit CuP7-Vorlegierung desoxidiert. Die Zugabemenge betrug 1 bis 2 kg/t bezogen auf die Schmelzmenge.

Zur Reduzierung des Schwefelgehalts wurden der Schmelze 0,2 kg/t Magnesium zugegeben. Als Kornfeinungsmittel wurde eine Kupfervorlegierung mit 35% Zr verwendet. Die Zugabemenge lag bei einem Zr-Gehalt von 0,01 bis 0,10%. Die Schmelze wurde in einer Stahlkokille zu Zylindern vergossen.

Das Gefüge nach dem Gießen mit unterschiedlichem Zr-Gehalt war überwiegend dendritisch, wie das in Bild 7a,c,e dargestellt ist. Die gegossenen Zylinder wurden dann in einer Induktionsanlage auf eine Temperatur von ca. 900 °C aufgeheizt, bei der Temperatur isotherm gehalten und zu unterschiedlichen Zeitpunkten abgeschreckt. Aufgrund der schnellen Bildung einer dicken Oxidschicht während der Wiedererwärmung unter Atmosphäre war eine kurze Haltezeit notwendig. Während des Aufheizens war zu beobachten, daß bei einem Zr-Gehalt unterhalb 0,03% die Schmelze aus dem Zylinder austrat und sich am Zylinderboden sammelte. Der Zylinder ließ sich mit einem Graphitstab von 10 mm Durchmesser ohne Bildung von Rissen nicht durchstechen. Oberhalb von 0,04 % Zr trat dagegen keine Schmelze aus und der Zylinder ließ sich mit dem Graphitstab durchstechen. Nach metallographischer Untersuchung wurde festgestellt, daß die Primärphase bei einem Zr-Gehalt unterhalb 0,04% überwiegend aus langen Dendriten bestand. Oberhalb von 0,05 % Zr wurden isolierte abgerundete Primärteilchen innerhalb einer Haltezeit von 1 Minuten erhalten, wie dies in Bild 7f dargestellt ist. Das Gefüge war über das gesamte Volumen homogen. Der Mindestgehalt betrug 0,05% Zr bei einer Haltezeit von 1 Minute. Der mittlere Durchmesser der abgerundeten Teilchen betrug 70 µm.



11

EP 0 554 808 B1

12

# Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus Metallegierungen mit Zusatz eines Kornfeinungsmittels,
  - für die sich die Abhängigkeit der Kornfeinung von der Menge des zugesetzten Kornfeinungsmittels in einer für einzelne Legierungen und Kornfeinungsmittel bekannten Kurve eines Diagramms darstellt, in dem die Korngröße in um über der Zugabe an Kornfeinungsmittel in Gewichtsprozent aufgetragen ist und welches einen stark abfallenden ersten Ast und einen asymptotisch gegen einen Endwert der Korngröße verlaufenden zweiten Ast aufweist, bei dem die Metallegierungen in schmelzflüssigen Zustand gebracht und nach konventionellen Gießverfahren zu geometrisch einfachen Formen vergossen werden und dann durch Aufheizen auf eine Temperatur zwischen der Solidus- und der Liquidus-Linie ein aus einem Fest-Flüssig-Gemisch aus abgerundeten, in einer Schmelzmatrix homogen verteilten Primärteilchen bestehender thixotroper Schlacker gebildet wird, der nach einer Haltezeit einer Formgebungsanlage zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß den Metallegierungen in schmelzflüssigem Zustand eine gegenüber der bekannten Kornfeinung im Bereich des stark abfallenden ersten Astes erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel zugesetzt wird, die als ein Wert auf dem zweiten Ast der Kurve ausgewählt wird, der in einem Bereich liegt, in dem die Kornfeinungswirkung  $\delta D_2/\delta C_2$  (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als  $1/20$  des Betrages der mittleren Steigung  $\delta D_1/\delta C_1$  im ersten Ast der Kurve ist, daß die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt werden und daraufhin auf eine Haltetemperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt werden und dabei über eine Haltezeit von weniger als 15 Minuten gehalten werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die erhöhte Menge an Kornfeinungsmittel in einem Bereich liegt, in dem die Kornfeinungswirkung  $\delta D_2/\delta C_2$  (Änderung der Korngröße / Änderung der Zugabemenge) weniger als  $1/50$  des Betrages der mittleren Steigung  $\delta D_1/\delta C_1$  im ersten Ast der Kurve ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die zuzugebende Menge an Kornfeinungsmittel dadurch präzisiert wird, daß Proben der Metallegierungen im schmelzflüssigen Zustand unterschiedliche Mengen an Kornfeinungsmittel zugesetzt werden, die Metallegierungen dann zu einer beliebigen Temperatur unter der Solidus-Linie abgekühlt und wieder auf eine Halte-
- temperatur zwischen Solidus- und Liquidus-Linie erwärmt, über eine wählbare Haltezeit von weniger als 15 Minuten auf dieser Temperatur gehalten, danach abgeschreckt werden und das abgeschreckte Gefüge metallographisch untersucht und der Mindestgehalt an Kornfeinungsmitteln festgestellt wird, ab dem die Primärphase überwiegend aus voneinander isolierten abgerundeten Teilchen mit einem Formfaktor  $FF = \geq 0,5$  bei einem mittleren Korndurchmesser  $\leq 150 \mu m$  besteht.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche zur Herstellung von Formteilen aus Aluminiumlegierungen, dadurch gekennzeichnet, daß als Kornfeinungsmittel die mit Aluminium ein Peritektikum bildenden Elemente jeweils allein oder in Kombination verwendet werden.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Kornfeinungsmittel Ti, B, Nb allein oder in Kombination verwendet werden.
6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß Ti gemeinsam mit C verwendet wird.
7. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Kornfeinungsmittel Zr allein oder in Verbindung mit B verwendet wird.
8. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Aluminiumlegierung mit 0 bis 9 Gew.% Si, 0 bis 5 Gew.% Cu, 0 bis 5 Gew.% Zn und 0 bis 3 Gew.% Mg als Kornfeinungsmittel Ti und B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 0,6 Gew.% eingesetzt werden.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine Aluminiumlegierung AlSi7Mg geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von  $\geq 0,25 \%$  eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.
10. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine Aluminiumlegierung AlMg1SiCu geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von  $\geq 0,025 \%$  eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten wird.
11. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine Aluminiumlegierung AlMg1SiCu geschmolzen und entgast wird und daß in der Schmelze ein Ti-Gehalt von  $\geq 0,07 \%$  eingestellt, die Aluminiumlegierung wiedererwärmt und über 5 min zwischen Solidus und Liquiduslinie gehalten

13

EP 0 554 808 B1

14

wird.

12. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3 zur Herstellung von Formteilen aus Kupferlegierungen, dadurch gekennzeichnet, daß als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B und P als Desoxidationsmittel verwendet werden. 5
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich Mg zur Entschwefelung zugegeben wird. 10
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13 zur Herstellung von Formteilen aus Kupferlegierungen, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Kupferlegierung mit 0 bis 30 Gew.% Zn und 0 bis 20 Gew.% Sn als Kornfeinungsmittel Zr und/oder B mit einem Gesamtanteil von 0,05 bis 1,0 Gew.% und P eingesetzt werden. 15
15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß eine Kupferlegierung CuSn12 geschmolzen und desoxidiert, dann auf einen Zr-Gehalt von  $\geq 0,05$  % eingestellt und anschließend über eine Minute auf einer Temperatur zwischen Liquidus- und Soliduslinie gehalten wird. 20
16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Legierung isotherm zwischen Solidus- und Liquiduslinie gehalten wird. 25
17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Legierung gestuft zwischen Solidus- und Liquiduslinie geführt wird. 30
18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die im schmelzflüssigen Zustand mit Kornfeinungsmittel versehenen Metallegierungen in einer durch ein Kühlmedium gekühlten Metallkokille in einer für die Formgebung benötigten Menge genau dosiert vergossen werden. 35
19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallegierungen zwischen Solidus- und Liquidus-Linie auf eine Temperatur über der Haltetemperatur erwärmt werden, wobei die gesamte Dauer innerhalb des Solidus-Liquidus-Bereichs 1 bis 15 Minuten beträgt. 40

#### Claims

1. Process for the manufacture of shaped metal alloy parts with addition of a grain-refining agent, the dependence of the grain-refining on the quantity of the added grain-refining agent being represented 45

by a curve, known for particular alloys and grain-refining agents, in a diagram in which the grain size in  $\mu\text{m}$  is plotted over the addition of grain-refining agent in per cent by weight and which has a steeply descending first branch and a second branch which extends asymptotically towards an end value of the grain size,

wherein the metal alloys are brought to the molten state and cast by conventional casting processes to give geometrically simple shapes

and then a thixotropic slip, consisting of a solid/liquid mixture of rounded particles homogeneously distributed in a matrix of melt, is formed by heating to a temperature between the solidus line and the liquidus line and is, after a holding time, fed to a shaping unit,

characterized in that

a quantity of grain-refining agent, which is greater than the known grain-refining within the range of the steeply descending first branch and which is selected as a value on the second branch of the curve, located in a region in which the grain-refining effect  $\delta D_2/\delta C_2$  (change in grain size/change in quantity added) is less than  $1/20$  of the amount of the mean slope  $\delta D_1/\delta C_1$  in the first branch of the curve, is added to the metal alloys in the molten state,

that the metal alloys are then cooled to any desired temperature below the solidus line and

are subsequently heated to a holding temperature between the solidus line and the liquidus line and held at this temperature for a holding time of less than 15 minutes.

2. Process according to Claim 1, characterized in that the increased quantity of grain-refining agent is within a range in which the grain-refining effect  $\delta D_2/\delta C_2$  (change in grain size/change in quantity added) is less than  $1/50$  of the amount of the mean slope  $\delta D_1/\delta C_1$  in the first branch of the curve. 40
3. Process according to Claim 1 or 2, characterized in that the quantity of grain-refining agent to be added is fixed precisely by adding varying quantities of grain-refining agent to samples of the metal alloys in the molten state, then cooling the metal alloys to any desired temperature below the solidus line and reheating them to a holding temperature between the solidus line and the liquidus line, holding them at this temperature for a selectable holding time of less than 15 minutes and then quenching them, and metallographically examining the quenched microstructure and determining the minimum content of grain-refining agents, above which the primary phase consists predominantly of mutually isolated, rounded particles having a form factor of  $FF = \geq 0.5$  at a mean grain diameter of  $\leq 150 \mu\text{m}$ . 45
4. Process according to one of the preceding claims 55

15

EP 0 554 808 B1

16

- for the manufacture of shaped aluminium alloy parts, characterized in that in each case the elements forming a peritectic with aluminium are used as grain-refining agent alone or in combination.
5. Process according to Claim 4, characterized in that Ti, B, Nb are used as grain-refining agent alone or in combination.
  6. Process according to Claim 4 or 5, characterized in that Ti is used together with C.
  7. Process according to Claim 4, characterized in that Zr is used as grain-refining agent alone or in conjunction with B.
  8. Process according to Claim 4, characterized in that, in the case of an aluminium alloy with 0 to 9 % by weight of Si, 0 to 5 % by weight of Cu, 0 to 5 % by weight of Zn and 0.3 % by weight of Mg, Ti and B are used as grain-refining agents at a total content of 0.05 to 0.6 % by weight.
  9. Process according to Claim 8, characterized in that an aluminium alloy AlSi7Mg is melted and degassed and that a Ti content of  $\geq 0.25$  % is set in the melt, the aluminium alloy is reheated and held for more than 5 minutes between the solidus line and the liquidus line.
  10. Process according to Claim 8, characterized in that the wrought aluminium alloy AlMg1SiCu is melted and degassed and that a Ti content of  $\geq 0.025$  % is set in the melt, the aluminium alloy is reheated and held for more than 5 minutes between the solidus line and the liquidus line.
  11. Process according to Claim 8, characterized in that an aluminium alloy AlMg1SiCu is melted and degassed and that a Ti content of  $\geq 0.07$  % is set in the melt, the aluminium alloy is reheated and held for more than 5 minutes between the solidus line and the liquidus line.
  12. Process according to Claims 1 to 3 for the manufacture of shaped copper alloy parts, characterized in that Zr and/or B are used as grain-refining agent and P is used as deoxidizing agent.
  13. Process according to Claim 12, characterized in that additionally Mg is added for desulphurization.
  14. Process according to Claim 12 or 13 for the manufacture of shaped copper alloy parts, characterized in that, in the case of a copper alloy with 0 to 30 % by weight of Zn and 0 to 20 % by weight of Sn, Zr and/or B at a total content of 0.05 to 1.0 % by weight and P are used as grain-refining agent.
  15. Process according to Claim 14, characterized in that a copper alloy CuSn12 is melted and deoxidized, a Zr content of  $\geq 0.05$  % is then set and subsequently the alloy is held for more than one minute at a temperature between the liquidus line and the solidus line.
  16. Process according to one of the preceding claims, characterized in that the temperature of the alloy is held isothermally between the solidus line and the liquidus line.
  17. Process according to one of the preceding claims, characterized in that the temperature of the alloy is controlled in stages between the solidus line and the liquidus line.
  18. Process according to one of the preceding claims, characterized in that the metal alloys provided in the molten state with grain-refining agent are cast in a metal mould, cooled by a cooling medium, in the precisely controlled quantity required for shaping.
  19. Process according to one of the preceding claims, characterized in that the metal alloys are heated between the solidus line and the liquidus line to a temperature above the holding temperature, the total duration inside the solidus/liquidus range being 1 to 15 minutes.

#### Revendications

1. Procédé de fabrication de pièces de forme en alliages métalliques avec addition d'un agent d'affinement des grains, pour lesquelles la dépendance de l'affinement des grains, en fonction de la quantité de l'agent d'affinement des grains ajouté, se représente dans une courbe d'un diagramme connue pour les alliages individuels et l'agent d'affinement des grains, dans lequel diagramme la grandeur de grain en microns est représenté en pour cent en poids par l'intermédiaire de l'addition en agent d'affinement des grains et qui présente une première branche fortement décroissante et une deuxième branche se prolongeant de manière asymptotique en direction d'une valeur finale de la grandeur de grain, lors duquel procédé on procède à la fusion des alliages métalliques et à leur coulée pour former, conformément à des procédés de coulée classiques, des formes géométriquement simples, et lors duquel on forme alors, par chauffage à une température comprise entre les lignes de solidus et de liquidus, un coulis de barbotine thixotrope, se composant de particules primaires arrondies réparties d'une manière homogène dans une matrice de masse fondue, qui est introduit après un temps de maintien dans une installation de formage, caractérisé en ce que,

17

EP 0 554 808 B1

18

l'on ajoute aux alliages métalliques à l'état de masse fondue une quantité d'agent d'affinement des grains plus élevée par rapport à l'affinement des grains connu dans le domaine de la première 5  
branche fortement décroissante, qui est choisie comme valeur sur la deuxième branche de la courbe, qui se situe dans un domaine dans lequel l'action d'affinement des grains  $\delta D2/\delta C2$  (variation de la grandeur de grain/variation de la quantité d'addition) est inférieure à 1/20 du montant de la 10  
pente moyenne  $\delta D1/\delta C1$  dans la première branche de la courbe,

en ce que l'on refroidit alors les alliages métalliques à une température quelconque endessous de la ligne de solidus et l'on réchauffe subséquemment à 15  
un température de maintien comprise entre les lignes de solidus et de liquidus et l'on y maintient ces derniers pendant un temps de maintien de moins de 15 minutes.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la quantité plus élevée d'agent d'affinement des grains se situe dans une domaine dans lequel l'action d'affinement des grains  $\delta D2/\delta C2$  (variation de la grandeur de grain/variation de la quantité d'addition) est inférieure à 1/50 du montant de la 25  
pente moyenne  $\delta D1/\delta C1$  dans la première branche de la courbe.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la quantité à ajouter d'agent d'affinement des grains est précisée en ce que l'on ajoute à des échantillons des alliages métalliques à l'état de masse fondue des quantités différentes d'agent d'affinement des grains, que l'on refroidit alors à 30  
une température quelconque endessous de la ligne de solidus, et que l'on chauffe à nouveau à une température de maintien comprise entre les lignes de solidus et de liquidus, que l'on maintient ces derniers à cette température pendant un temps de maintien que l'on peut choisir, de moins de 15 minutes, que l'on procède ensuite à une trempe et en ce que l'on examine de manière métallographique la structure cristalline ayant subi la trempe et que l'on détermine la teneur minimale en agent d'affinement des grains, à partir de laquelle la phase primaire se compose en majeure partie de particules arrondies, isolées les unes des autres, ayant un facteur de forme  $FF = \geq 0,5$  pour une grandeur de grain moyenne  $\leq 150$  microns. 45  
50
4. Procédé, selon l'une quelconque des revendications précédentes, de fabrication de pièces de forme en alliages d'aluminium, caractérisé en ce que l'on utilise, à chaque fois, seul ou en combinaison, en tant qu'agent d'affinement des grains, les éléments formant un péritectique avec l'aluminium. 55
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce

que l'on utilise, en tant qu'agent d'affinement des grains, seul ou en combinaison, Ti, B, Nb.

6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que l'on utilise Ti conjointement à C.
7. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'on utilise en tant qu'agent d'affinement des grains Zr, seul, ou en combinaison avec B.
8. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'on utilise, pour un alliage d'aluminium ayant de 0 à 9 % en poids de Si, de 0 à 5 % en poids de Cu, de 0 à 5 % en poids de Zn et de 0 à 3 % en poids de Mg, en tant qu'agent d'affinement des grains, Ti et B avec une proportion totale de 0,05 à 0,6 % en poids.
9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'on fait fondre et l'on dégaze un alliage d'aluminium  $AlSi7Mg$ , et en ce que l'on ajuste dans la masse fondue une teneur en Ti de  $\geq 0,25$  % en poids, l'on chauffe à nouveau l'alliage d'aluminium et l'on maintient ce dernier pendant plus de 5 minutes entre les lignes de solidus et de liquidus.
10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'on fait fondre et l'on dégaze un alliage de corroyage d'aluminium  $AlMg1SiCu$ , et en ce que l'on ajuste dans la masse fondue une teneur en Ti de  $\geq 0,025$  % en poids, l'on réchauffe l'alliage d'aluminium et l'on maintient ce dernier pendant plus de 5 minutes entre les lignes de solidus et de liquidus.
11. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'on fait fondre et l'on dégaze un alliage d'aluminium  $AlMg1SiCu$ , et en ce que l'on ajuste dans la masse fondue une teneur en Ti de  $\geq 0,07$  % en poids, l'on chauffe à nouveau l'alliage d'aluminium et l'on maintient ce dernier pendant plus de 5 minutes entre les lignes de solidus et de liquidus.
12. Procédé selon la revendication 1 à 3, de fabrication de pièces de forme en alliages de cuivre, caractérisé en ce que l'on utilise Zr et/ou B, en tant qu'agent d'affinement des grains, et P en tant qu'agent de désoxydation.
13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que l'on ajoute en plus Mg en vue de la désulfuration.
14. Procédé, selon la revendication 12 ou 13, de fabrication de pièces de forme en alliages de cuivre, caractérisé en ce que l'on utilise pour un alliage de cuivre ayant de 0 à 30 % en poids de Zn et de 0 à 20 % en poids de Sn, en tant qu'agent d'affinement des grains, Zr et/ou B, avec une proportion totale de 0,05 à 1,0 % en poids, et P.

19

EP 0 554 808 B1

20

15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'on fait fondre et désoxyder un alliage de cuivre CuSn12, que l'on ajuste alors à une teneur en Zr de  $\geq 0,05\%$  et que l'on maintient ensuite pendant plus d'une minute à une température comprise entre les lignes de liquidus et de solidus. 5
16. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on maintient la température de l'alliage de manière isotherme entre la ligne de solidus et la ligne de liquidus. 10
17. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on conduit la température de l'alliage par incrément entre les lignes de solidus et de liquidus. 15
18. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on procède, avec un dosage exact, à la coulée, dans une quantité requise pour le formage, dans une coquille métallique refroidie par un milieu réfrigérant, des alliages métalliques, à l'état de masse fondue, pourvus d'agent d'affinement des grains. 20
19. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on chauffe les alliages métalliques entre les lignes de solidus et de liquidus à une température au-dessus de la température de maintien, la durée totale au sein du domaine solidus-liquidus étant de 1 à 15 minutes. 25 30

35

40

45

50

55

EP 0 554 808 B1

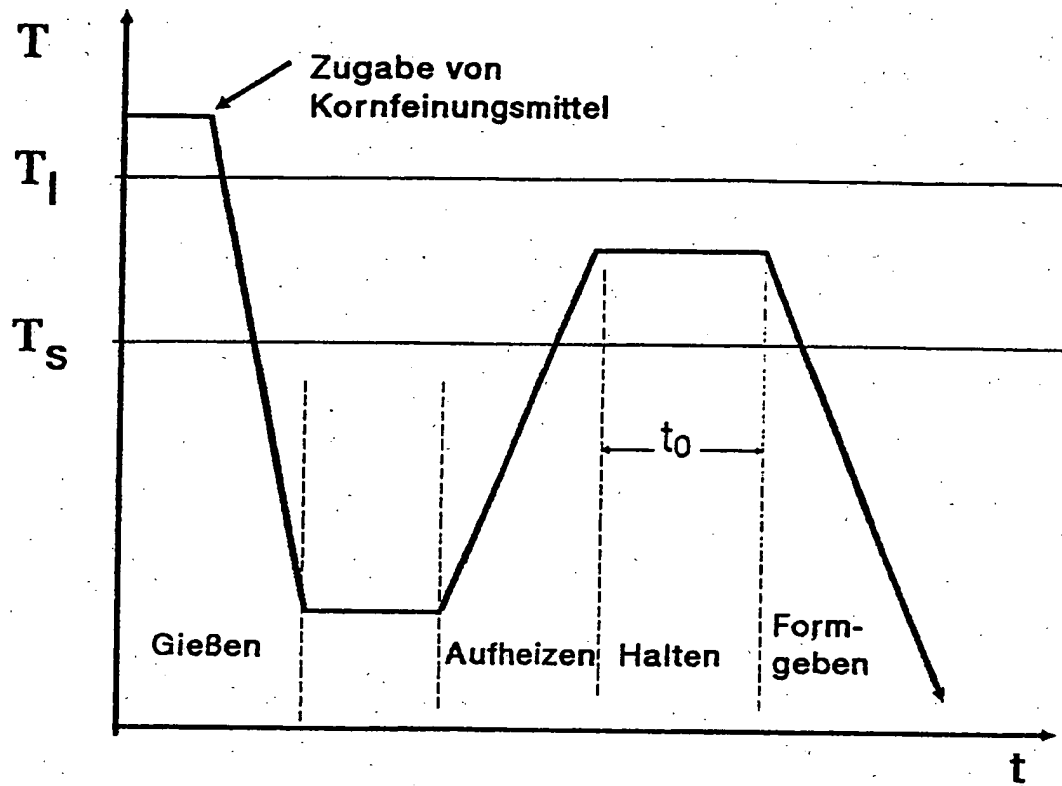


Bild 1

EP 0 554 808 B1

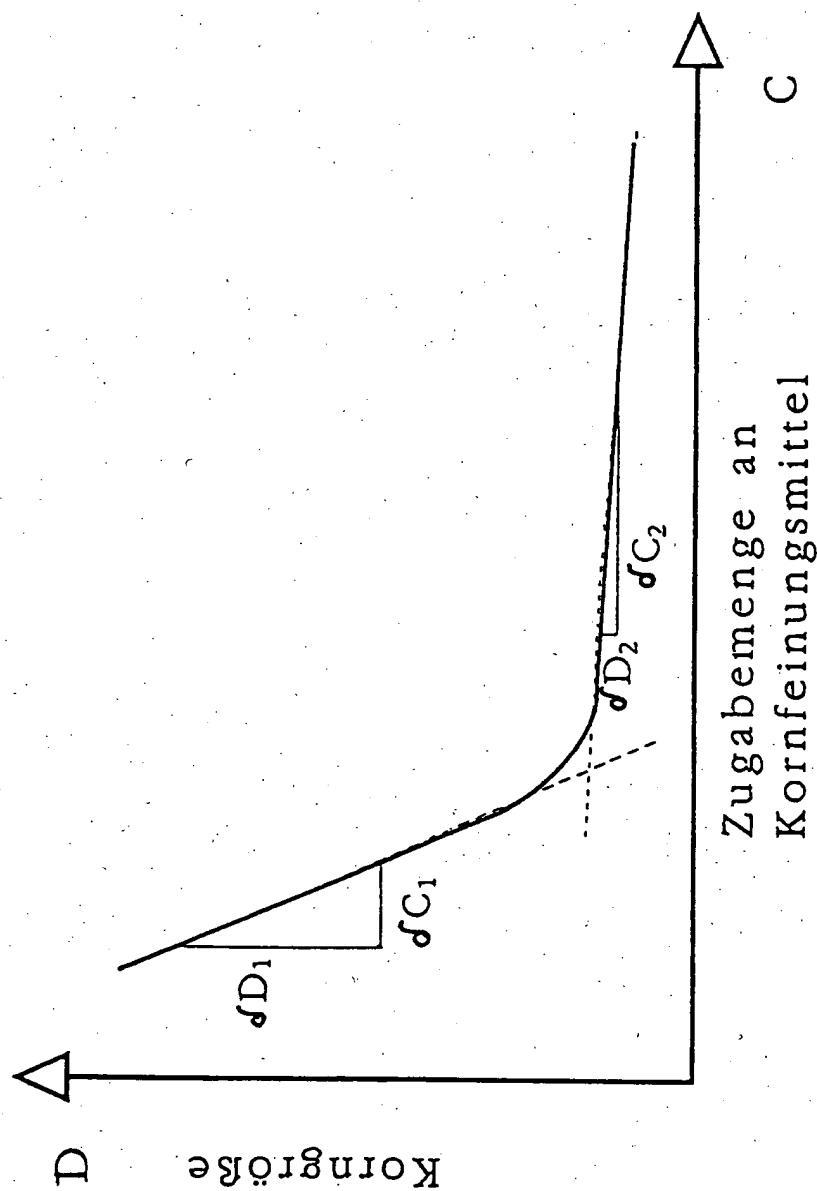


Bild 2

EP 0 554 808 B1

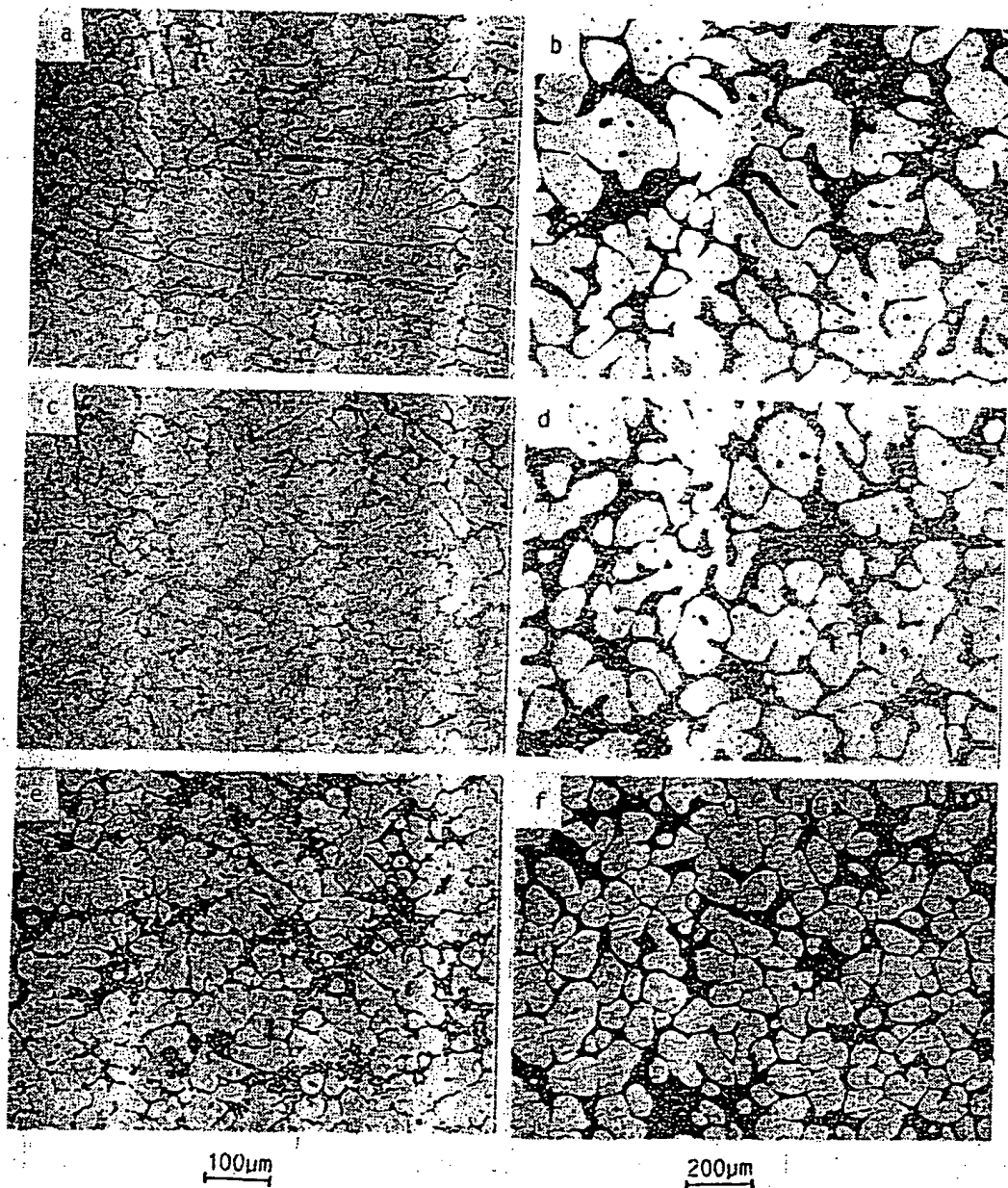


Bild 3



EP 0 554 808 B1

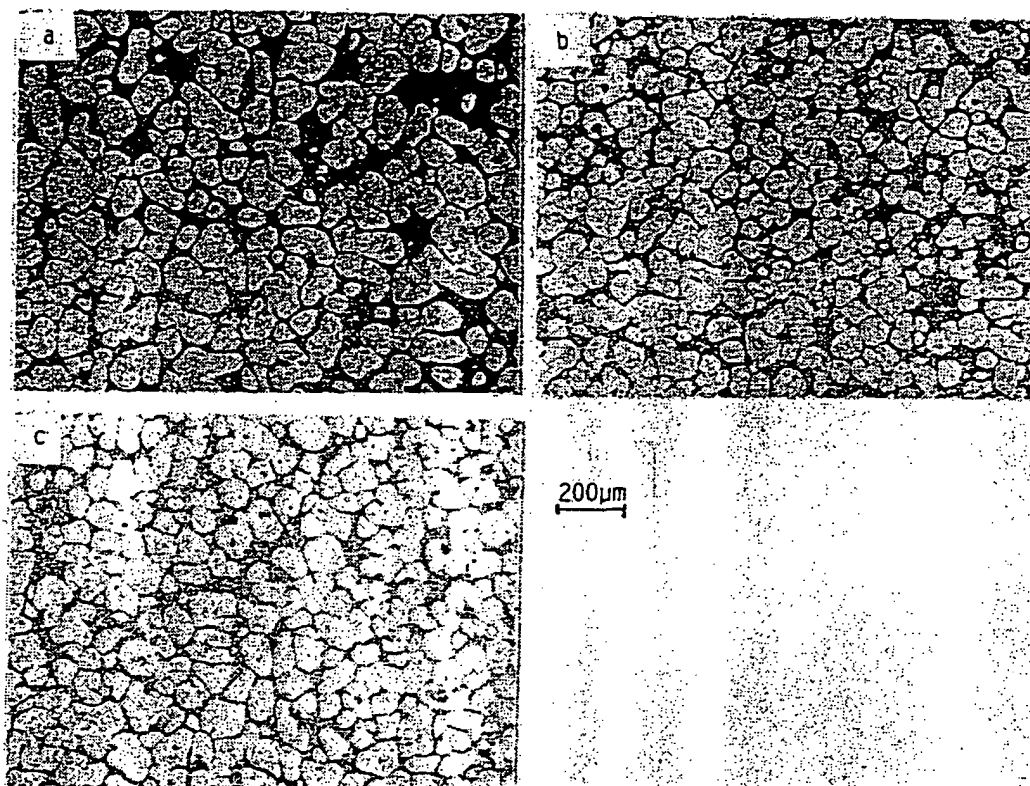


Bild 4

EP 0 554 808 B1

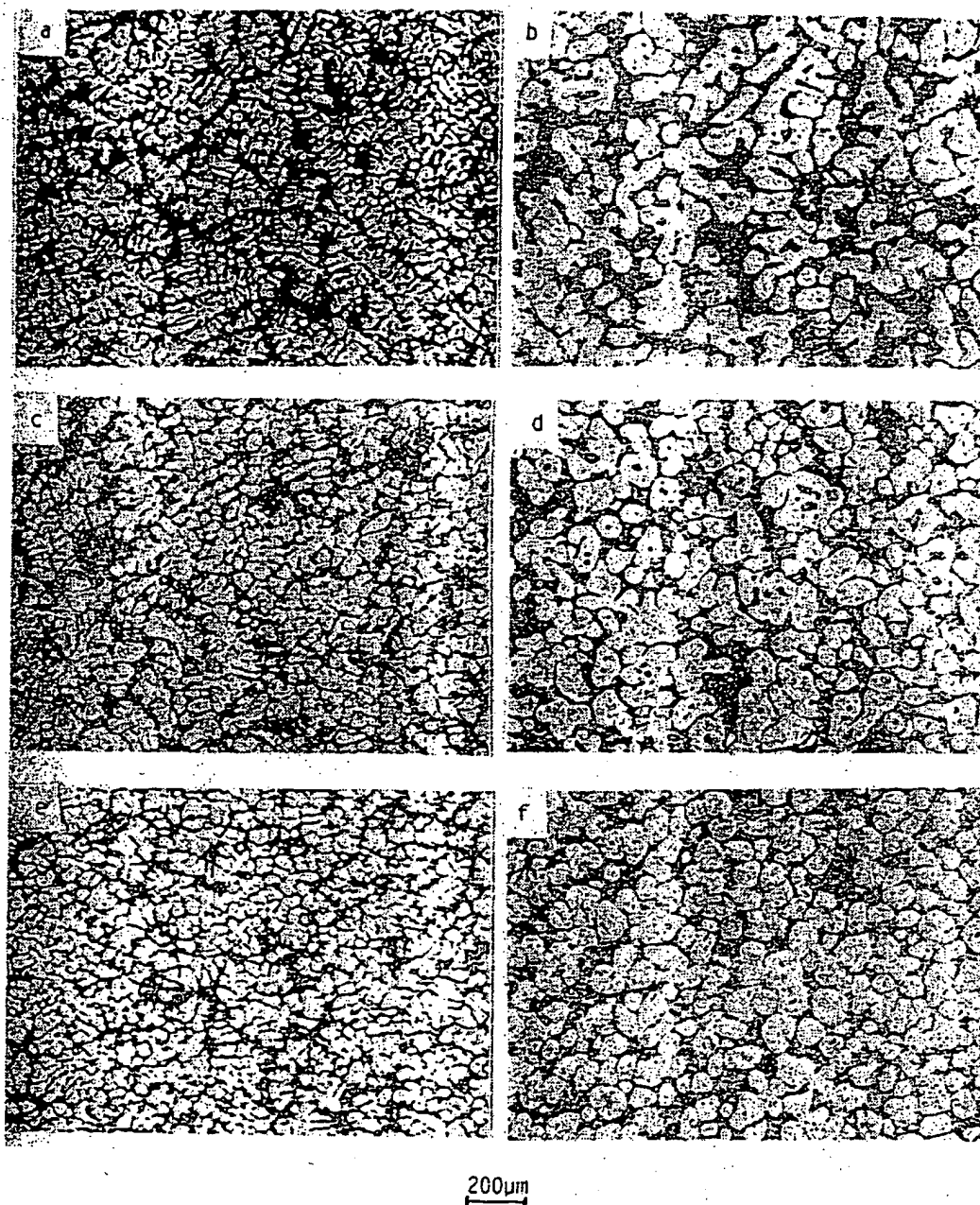


Bild 5

EP 0 554 808 B1

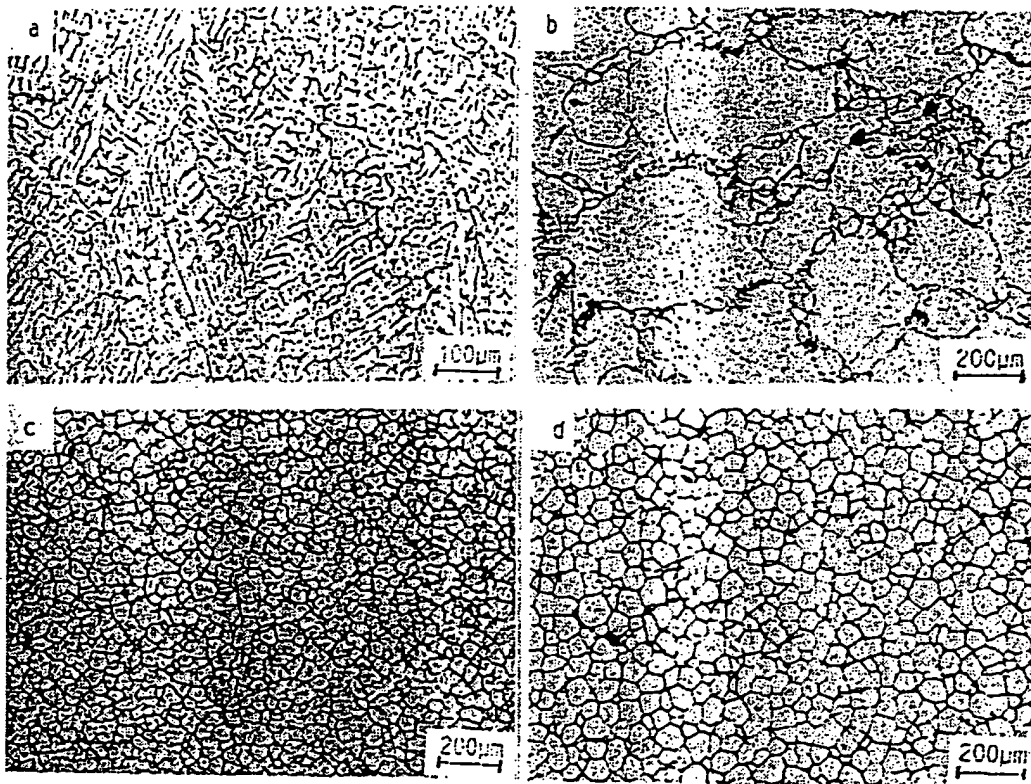


Bild 6

EP 0 554 808 B1

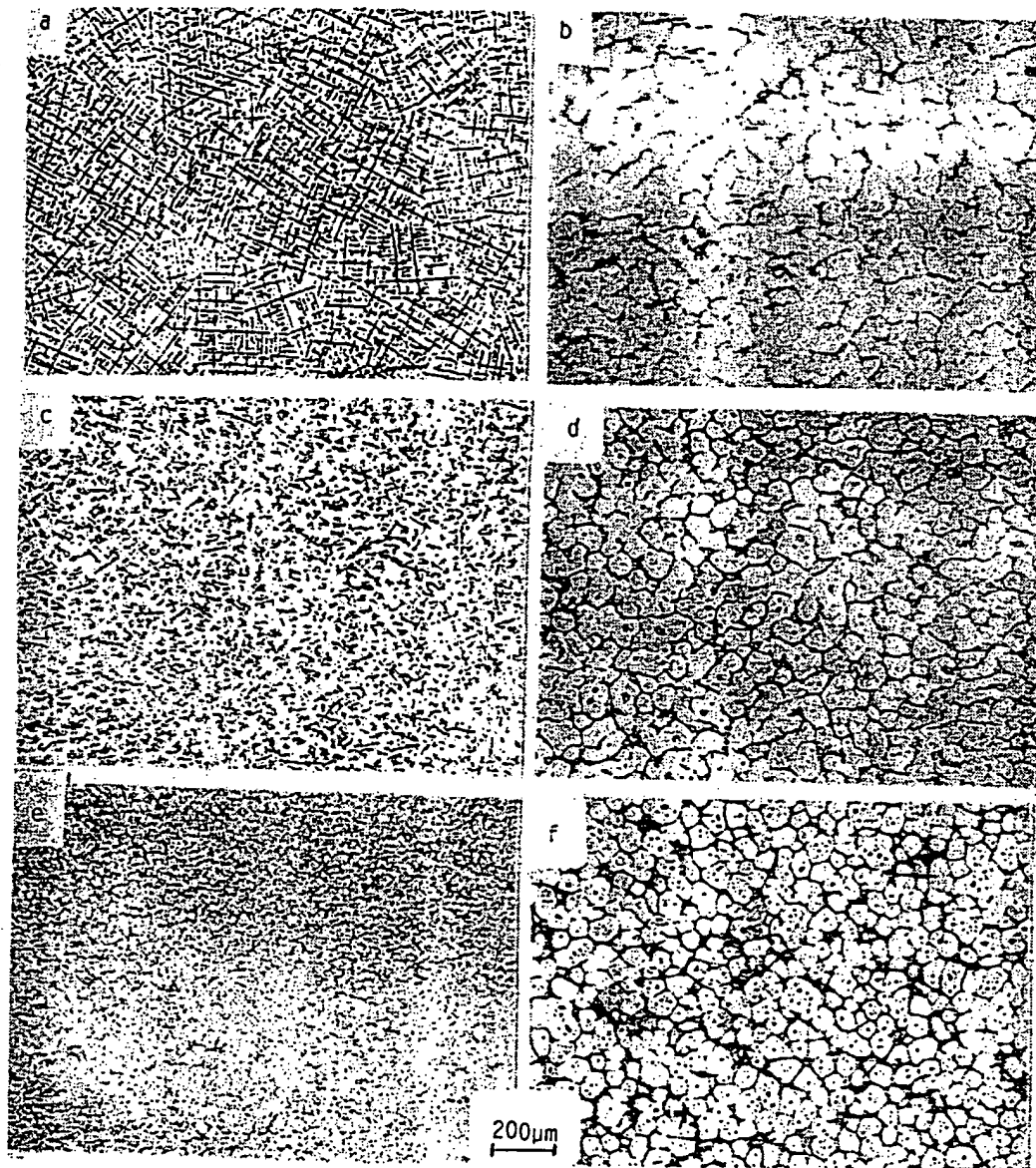


Bild 7